

BEST AVAILABLE COPY

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A)

昭55—124763

⑫ Int. Cl.³
C 07 D 213/64
213/70

識別記号
内整理番号
7138—4C
7138—4C

⑬ 公開 昭和55年(1980)9月26日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭ 5-トリフルオロメチル-2-ピリドン誘導体

⑮ 発明者 芳賀隆弘

草津市野村町221番地

⑯ 特願 昭54—32068

⑯ 発明者 長谷邦昭

守山市浮気町321番地の31

⑰ 出願 昭54(1979)3月19日

⑰ 発明者 林弘仁

守山市浮気町321番地の31

⑱ 発明者 西山隆三

⑱ 発明者 石原産業株式会社

大阪市西区江戸堀1丁目3番11号

高槻市真上町5丁目41番22号

⑲ 発明者 田川致一

守山市浮気町321番地の31

⑲ 発明者 横道勲

⑲ 出願人 石原産業株式会社

大阪市西区江戸堀1丁目3番11号

草津市野村町221番地

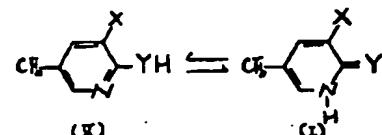
明細書

1. 発明の名称 5-トリフルオロメチル-2-ピリドン誘導体



(式中Xは水素原子又はハロゲン原子であり、Yは酸素原子又はイオウ原子である。但し、Xが水素原子の場合、Yはイオウ原子である。)で表わされる5-トリフルオロメチル-2-ピリドン誘導体である。

前記一般式(I)の5-トリフルオロメチル-2-ピリドン誘導体は、次に示すような互変異性として存在することができる。

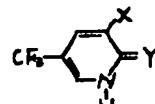


(式中X及びYは前述の通りである)

前記一般式(I)において、Xで表わされるハロゲン原子としては溴素、塩素、臭素、砹素が挙げられる。

2. 特許請求の範囲

1. 一般式



(式中Xは水素原子又はハロゲン原子であり、Yは酸素原子又はイオウ原子である。但し、Xが水素原子の場合、Yはイオウ原子である。)で表わされる5-トリフルオロメチル-2-ピリドン誘導体。

3. 発明の詳細な説明

本発明は医薬、農薬、染料などの中间原料として有用で、新規な5-トリフルオロメチル-2-ピリドン誘導体に関する。

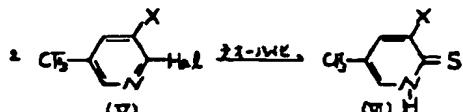
詳しくは本発明は一般式

本発明の5-トリフルオロメチル-2-ヒドロピリド基は通常、例えば下記方法によって製造される。



(上記反応式中 Hal はハロゲン原子である)

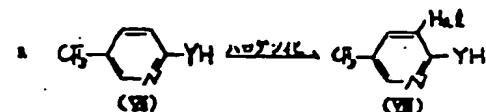
一般に上記反応はジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミドなどの非プロトン性極性溶媒中、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどのアルカリ水溶液を用いて 50 ~ 150°C, 0.1 ~ 10 時間で行なわれる。



(上記反応式中 X 及び Hal は前述の通りである)

一般に上記反応はメタノール、エタノールなどのアルコール類、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミドなどの非プロトン性極性溶

媒などの溶媒中、チオ尿素、炭化ソーダ、チオ硫酸ソーグ、N,N-ジメチルジオカルバミン酸ソーグなどのオール化剤を用いて 50 ~ 150°C, 0.5 ~ 10 時間で行なわれる。



(上記反応式中 Y 及び Hal は前述の通りである)

一般に上記反応は四塩化炭素、クロロホルム、酢酸、二塩化炭素、水、非プロトン性極性溶媒などの溶媒中、塩素ガス、臭素、チオニルクロライド、スルフリルクロライドなどのハロゲン化剤を用いて 0 ~ 100°C, 0.5 ~ 10 時間で行なわれる。

本発明化合物は、例えばハロゲン化ニトロベンゼン類と結合させて 4-(5-トリフルオロメチルピリジン-2-イルオキシ)ニトロベンゼン類を生成させ、これを還元して得られる 4-(5-トリフルオロメチルピリジン-2-イルオキシ)アニリン類とベンゾイルイソシアニ

- 3 -



- 4 -

死虫率が得られた。

次に本発明化合物の具体的合成例を記載する。

合成例 1 3-クロロ-5-トリフルオロメチル-2-ヒドロピリドン

【A】

5-トリフルオロメチル-2-ヒドロピリドン 0.2 g をクロロホルム 20 mL に溶解させ、50°C に加熱して塩素ガスを 1 時間搅拌下に通じた。反応終了後、クロロホルムを留去し、トルエン-ローヘキサンの混合溶媒で再結晶して融点 144 ~ 147°C の目的物 0.15 g を得た。

【B】

水酸化ナトリウム 2.4 g を水 12.5 mL に溶解させた水溶液に 2,3-ジクロロ-5-トリフルオロメチルピリジン 4 g を加え、更にジメチルスルホキシド 12.5 mL を加えて加熱し、130°C で 1 時間搅拌下に反応させた。反応終了後生成物を放逐し、微絶縁で酸性にして沈殿物を得、このものを精過して目的物 2.5

-ト類とを反応させることにより N-ベンゾイル-N'-(4-(5-トリフルオロメチルピリジン-2-イルオキシ)フェニル)ウレア系化合物に誘導できる。詳しくは本発明化合物の 3-クロロ-5-トリフルオロメチルピリジン-2-ヒドロピリドンと 3,4,5-トリクロロニトロベンゼンとを結合、還元して 3,5-ジクロロ-4-(3-クロロ-5-トリフルオロメチルピリジン-2-イルオキシ)アニリンを得、更にこのものと 2,6-ジフルオロベンゾイルイソシアネートとを反応させると、N-(2,6-ジフルオロベンゾイル)-N-(3,5-ジクロロ-4-(3-クロロ-5-トリフルオロメチルピリジン-2-イルオキシ)フェニル)ウレアを得ることができる。このものは殺虫剤の有効成分として優れた活性を示し、種々の有害虫、特に有害昆蟲の防除に有効であって、例えばこの化合物 1.00 g を本分量液にキャベツの葉片を浸漬し、それを風乾してそこへ 2 ~ 3 合のコナガの幼虫を放ち、8 日目に生死を判定した結果、100% の

- 5 -

- 6 -

BEST AVAILABLE COPY

を得た。

合成例 2 5-トリフォルオロメチル-2-チオ
ビリドン

2-クロロ-5-トリフォルオロメチルヒリジン 4 g とチオ尿素 1.67 g をエタノール 30 ml に溶解させ、加熱して還流状態で 3 時間攪拌下に反応させた。その後、本酸化カリウム水溶液 1.23 g を徐々に加えて還流状態で 1 時間反応させた。反応終了後、生成物を放冷し、希アルカリ水溶液中に投入して塩化メチレンで洗浄し、酢酸で酸性にした。次いで、塩化メチレンで抽出し、抽出層を水洗後無水硫酸ナトリウムで乾燥させ、塩化メチレンを留去して融点 147~150 °C の目的物 2.1 g を得た。

合成例 3 3-ブロモ-5-トリフォルオロメチル-2-ビリドン

5-トリフォルオロメチル-2-ビリドン 0.4 g を酢酸 10 ml に溶解させ、そこへ臭素 0.4 g を加えて攪拌下で 4 時間反応させた。反

特許昭 55-124763(3)

塩酸了後、酢酸を留去し、塩化メチレン一日へキサンの混合溶媒で再結晶して融点 162~165 °C の目的物 0.45 g を得た。

合成例 4 3-クロロ-5-トリフォルオロメチル-2-チオビリドン

2-クロロ-5-トリフォルオロメチルヒリジン 4 g に代えて 2,3-ジクロロ-5-トリフォルオロメチルヒリジン 4.75 g を用いる以外は前記合成例 2 と同様にして反応を行ない、後処理を行なって融点 126~128 °C の目的物 1.9 g を得た。

特許出願人 石原産業株式会社